

- (C) WPI / Thomson
AN - 1982-43508E [21]
AP - SU19792856356 19791220
TI - Epoxide! resin based compsn. - contg. 5-amin
o-2-para-aminophenyl-benzoxazole as hardener
IW - POLYEPOXIDE RESIN BASED COMPOSITION CONTAIN AMINO PARA AMINOPHENYL
BENZOXAZOLE HARDEN
PA - (LENI) LENINGRAD LENSOVET TECH
PN - SU852914 B 19810807 DW198221
IC - C08G59/50; C08L63/02; C09J3/16
AB - Use of 5-amino- 2-(p-aminophenol)- benzoxazole (I) as hardener
in epoxide bisphenol resin compsn. in amts. of 10-30 wt.%, increases
the low temp. working life of the mixt. by 12 times and the softening
temp. to 250 deg. C.

The material finds use as adhesive and potting compound. The hardener
(I) dissolves in the resin at 140 deg. C to form a clear, transparent
mixt. with working life of 60 min. at 140 deg. and 3-5 days at room
temp. Hardening requires 10 hours at 140 deg. C or 6 hrs. at 180 deg.
C. (3pp)



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

(II) 852914

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 20.12.79 (21) 2856356/23-05

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 07.08.81, Бюллетень № 29

Дата опубликования описания 07.08.81

(51) М. Кл.³

С 08 L 63/02
С 08 G 59/50 //
С 09 J 3/16

(53) УДК 678.686
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

В. Г. Каркозов, И. Я. Квитко, А. Ф. Николаев, А. В. Ельцов,
Л. И. Яковлева, Т. Г. Шавва и Д. Н. Дворников

(71) Заявитель

Ленинградский ордена Октябрьской Революции и ордена
Трудового Красного Знамени технологический институт
им. Ленсовета

(54) ЭПОКСИДНАЯ КОМПОЗИЦИЯ

1

Изобретение относится к области получения композиций на основе эпоксидных смол, которые могут быть использованы в качестве заливочных и пропиточных составов, пресс-композиций, а также клеев, способных работать при повышенных температурах (до 250°C).

Известна эпоксидная композиция, содержащая эпоксидную диановую смолу и отвердитель - ароматический диамин, например 4,4-диаминодифенилметан (ДДМ) [1].

Недостатком известной композиции является низкая жизнеспособность (20 ч при 23°C и 30 мин при 100°C) и невысокая теплостойкость (122-135°C по Мартенсу).

Известно также, что для повышения теплостойкости в качестве отвердителя используют 4,4-диаминодифенилсульфон (157-175°C по Мартенсу) [2].

Однако и в этом случае жизнеспособность невелика, а теплостойкость недостаточна. Кроме этого, 4,4-диаминодифенилсульфон требует длительного высокотемпературного режима отверждения (24 ч при 120°C и 4-8 ч при 175-200°C).

Наиболее близким из известных решений к изобретению является эпоксидная композиция, содержащая эпоксидную диановую смолу и ароматический аминный отвердитель - м-фенилендиамин (МФДА) [1].

Для этой композиции характерны те же самые недостатки: низкая жизнеспособность и невысокая теплостойкость. Кроме этого, МФДА имеет высокую летучесть. Попытки уменьшить летучесть путем модификации МФДА, например, кислотами (салациловой, акриловой) приводят к снижению теплостойкости.

Цель изобретения состоит в повышении жизнеспособности композиции на холде и увеличении теплостойкости отверженных материалов.

Поставленная цель достигается тем, что эпоксидная композиция, включающая эпоксидную диановую смолу и отвердитель - ароматический диамин, в качестве ароматического диамина содержит 5-амино-2-(n-аминофенол)-бензоксазол в количестве 10-30% от веса композиции.

2

5

10

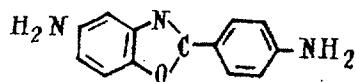
15

20

25

30

5-Амино-2-(*n*-аминофенил)-бензоксазол (АФБО) имеет формулу



АФБО представляет собой кристаллическое вещество от белого до светло-коричневого цвета с т.пл. 228-232°C, хорошо растворяющееся при комнатной температуре в диметилформамиде, диметилацетамиде, пиридине, а при нагревании - в спиртах, толуоле, бензоле, хлороформе. АФБО рекомендуется вводить в измельченном виде в нагретую до 140°C эпоксидную смолу. При 140°C АФБО хорошо растворяется в эпоксидной смоле, что позволяет получать прозрачные заливочные компаунды. Жизнеспособность 0,1 кг композиции при 140°C составляет 60 мин. С целью увеличения жизнеспособности композицию после совмещения следует охладить до комнатной температуры. При этом жизнеспособность композиции на основе смолы ЭД-16 составляет 3-5 сут. Предлагаемая композиция обладает длительной жизнеспособностью, а в отверженном состоянии высокой теплостойкостью (температура размягчения по Вика 250°C, т.е. достигает практически предельного для эпоксидно-диановых полимеров значения) и хорошей термостабильностью. Так, потеря в весе 10% по данным дифференциального термического анализа (ДТА) в атмосфере воздуха наблюдается при 330°C, а 20% - при 380°C. Разрушающее напряжение при сдвиге kleевых соединений на стали Ст. 3 отверженных композиций,

содержащих 20 мас.% АФБО в эпоксидной смоле ЭД-16, при 180°C в течение 6 ч достигает 25 МПа при 23°C и не изменяется при температуре испытания 110°C .

5 При мер 1. Эпоксидную смолу ЭД-16 нагревают до 140°С, вводят 10 мас.% измельченного 5-амино-2-(*n*-аминофенил)-бензоксазола (АФБО) и перемешивают до получения однородной массы. Затем композицию заливают в предварительно обработанную антиадгезивом форму и отверждают в термошкафу при 140°С в течение 10 ч.

П р и м е р 2. Получение композиции на основе ЭС ЭД-16 проводят, как указано в примере 1. АФБО вводят в количестве 10 мас.% к эпоксидной смоле. Отверждение ее проводят при 180°C в течение 6 ч.

Пример 3. Композицию, содержащую 20 мас.% отвердителя АФБО к эпоксидной смоле ЭД-16, полученную аналогично изложенному в примере 1, отверждают при 140°C в течение 10 ч.

Пример 4. Композицию, содержащую 20 мас.% отвердителя АФБО к эпоксидной смоле ЭД-16, полученную аналогично примеру 1, отверждают при 180°C в течение 6 ч.

Пример 5. Композицию, содержащую 30 мас.% АФБО, полученную аналогично примеру 1, отверждают при 180°C в течение 6 ч.

Свойства отверженных композиций I - VI, содержащих мас.%: I - 0,63 ДЛМ, II - 0,15 МДФА (стехиометрические коэффициенты), III - 10 МФДА, IV - 10 МФДА, V - 20 АФБО, VI - 30 АФБО, приведены в таблице.

Физико-химические свойства	Показатель при режиме отверждения, °С - ч							
	I *	II *	III	IV		V		VI
	100-4	180-8	180-6	140-10	180-6	140-10	180-6	180-6
Разрушающее напряжение при сжатии, МПа	118	130	122	146	130	129	145	132
Разрушающее напряжение при изгибе, МПа	105	128	88	100	110	120	130	100
Температура размягчения, по Вика, °С	-	-	144	200	250	250	250	190
Теплостойкость по Мартен- су, °С	122	128	-	-	-	-	-	-
Твердость по Бринеллю, МПа	-	-	152	228	200	193	200	152
Ударная вязкость, кДж/мм	14,8	16,4	3-4	2-3	5-6	6-7	8-10	2-3
Содержание гель-фракции, %	-	-	97	96	97	98	98	95
Разрушающее напряжение при сдвиге на Ст. 3, МПа,	-	-	-	-	-	-	-	-
при температуре испытания +23°C	-	-	20	15,0	23,7	23,1	25,8	19,3
+110°C	-	-	17,0	15,7	25,0	20,9	25,0	18,7

^{*)} Показатели даны для смолы ЭД-20.

При мер 6. Клеевые композиции, содержащие, 10, 20, 30 мас.% АФБО, готовят аналогично изложенному в примере 1, наносят на зашкуренные и обезжиренные ацетоном образцы в виде пластин 60x20x2 мм из стали Ст.3. Склейываемые поверхности соединяют внахлест (площадь нахлеста 300 мм^2) и, создают с помощью соответствующего приспособления давления $P_{\text{Д}} = 0,1 - 0,3 \text{ МПа}$. Отваждают образцы по 2 режимам: при 140°C в течение 10 ч, при 180°C в течение 6 ч.

В таблице для сравнения приведены свойства смолы ЭД-16, отверженной расчетным количеством МФДА (10 мас.%) и литературные данные по свойствам смолы ЭД-20, отверженной ДДМ и МФДА.

Таким образом, полученная композиция, пригодная для получения заливочных компаундов и kleев, обладает повышенной теплостойкостью (250°C по Вика) и значительно превосходит по жизнеспособности на ходу (в 12 раз) известные композиции.

Физико-механические свойства компози-

ции остаются на уровне с аналогичными свойствами известных составов.

Формула изобретения

Эпоксидная композиция, включающая эпоксидную диановую смолу и отвердитель - ароматический диамин, отличающаяся тем, что, с целью повышения жизнеспособности на ходу и теплостойкости отверженной композиции, в качестве ароматического диамина она содержит 5-амино-2-(n-аминофенол)-бензоксазол в количестве 10-30% от веса композиции.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Справочник по пластическим массам. Под ред. В.М.Катаева и др. Т.2, М., "Химия", 1975, с. 224 (прототип).

2. Ли Х., Невилл К. Справочное руководство по эпоксидным смолам, М., "Энергия", 1973, с. 95.

Составитель А. Акимов
Редактор Н. Потапова Техред Ж.Кастелевич Корректор О. Билак

Заказ 5588/3 Тираж 530
Подписьное
ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4